

(19)

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11)

EP 0 786 482 A2

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
30.07.1997 Patentblatt 1997/31

(51) Int. Cl.⁶: **C08G 69/18, C08G 69/20**

(21) Anmeldenummer: **97101002.0**

(22) Anmeldetag: **23.01.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT NL

(30) Priorität: **25.01.1996 DE 19602683**

(71) Anmelder: **EMS-INVENTA AG**
8002 Zürich (CH)

(72) Erfinder:
• **Schmid, Eduard, Dr.**
7402 Bonaduz (CH)

• **Eder, Roman**
70794 Filderstadt (DE)

(74) Vertreter: **Hotz, Klaus, Dipl.-El.-Ing./ETH**
c/o OK pat AG,
Patente Marken Lizenzen,
Hinterbergstrasse 36,
Postfach 5254
6330 Cham (CH)

(54) **Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation**

(57) Es wird ein Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation vorgeschlagen, das sowohl Aktivator, als auch Katalysator und wahlweise Additive enthält und bei Raumtemperatur flüssig und lagerstabil ist.

EP 0 786 482 A2

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein flüssiges System zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation.

Polyamide werden gemäss dem relevanten Stand der Technik meist nach der Methode der sogenannten hydrolytischen Polymerisation aus Lactamen in der Schmelze bei Temperaturen von ca. 200 bis 320°C hergestellt, bei der zur Ringöffnung des Lactams oft eine Druckphase unter Wasserzusatz vorgeschaltet ist. Diese Reaktion verläuft langsam. Das Reaktionsprodukt, bevorzugt ein Granulat, wird in einem Nachfolgeschritt, z.B. im Spritzguss- oder Extrusionsverfahren, zu Gebrauchsgegenständen umgeformt.

Auch starke Basen, die z.B. zur Bildung von Metall-Lactamat führen, können die Umwandlung von Lactam zum Polyamid bewirken. Die entsprechende Polymerisationsreaktion verläuft langsam und wurde abgelöst durch die aktivierte anionische Lactampolymerisation, bei der die Reaktion stark beschleunigt ist und die Polymerisationstemperatur unter den Polymerschmelzpunkt abgesenkt werden kann. Bei diesem Verfahren werden der Lactamschmelze Katalysator und Aktivator getrennt zugefügt.

Üblicherweise liegt dabei der Katalysator als Feststoff, z.B. als Alkali- oder als Erdalkali-Lactamat vor. Auch viele der aktivierenden sogenannten Cokatalysatoren wie z.B. Carbodiimide und verkappte Isocyanate, sind Feststoffe. Der Nachteil der freien Isocyanate, von denen viele flüssig sind, ist ihre hohe Toxizität.

Die anionische Lactampolymerisation und die aktivierte anionische Lactampolymerisation sowie alle Aspekte der Polyamidsynthese und die entsprechenden Anwendungen, sind z.B. beschrieben im Kunststoffhandbuch Band VI, Polyamide, C.Hanser Verlag, München.

Die aktivierte anionische Lactampolymerisation wird im allgemeinen zur Herstellung von sog. Gussteilen oder von grossvolumigem Halbzeug, wie Profilen, bevorzugt nach dem sogenannten 2-Topfverfahren durchgeführt.

Dabei werden volumengleiche, den Katalysator bzw. den Cokatalysator enthaltende Lactamschmelzen hergestellt, zusammengefügt und intensiv vermischt. Dadurch wird die Polymerisation gestartet und die Schmelze kann unmittelbar danach, z.B. im sogenannten Monomerguss-Verfahren, zum Fertigteil verarbeitet werden.

Dazu muss möglichst darauf geachtet werden, dass

- die Lactamschmelzen wasser- und sauerstofffrei sind,
- die Misch- und Verarbeitungsschritte unter Inertgas erfolgen und
- die Schmelzen, insbesondere katalysatorhaltige Schmelzen rasch verarbeitet werden, da sie sehr schnell altern.

Um die rasche und homogene Verteilung des Katalysators, z.B. von Magnesium- oder Natrium-Lactamat, in der Lactamschmelze zu erleichtern, wurden sogenannte Flüssigkatalysatorsysteme entwickelt.

In der **DE-22 30 732 C3** wird dabei auf die Schwierigkeiten eingegangen, welche die Zugabe von Katalysator in fester Form, z.B. von Metall-Lactamat, zur aktivatorhaltigen Lactamschmelze verursacht. Sind schnelles Lösen und gleichmässiges Verteilen des Katalysators nicht gewährleistet, entsteht ein inhomogenes Polymer.

In **DE-A-14 95 132** wird zur Problemlösung eine bei 60°C flüssige Lösung von Alkali-Lactamat in Lactam vorgeschlagen, die zusätzlich 0,3 bis 5,0 Gew.% eines schwerflüchtigen Amins enthält.

Eine Katalysatorlösung von Metall-Lactamat in einem N,N-disubstituierten Carbamid, insbesondere in N-Methylpyrrolidon, ist in der **US-PS 3,575,938** beschrieben. Eine Katalysatorlösung von Metall-Lactamat in einem N,N-disubstituierten Carbamid, insbesondere in N-Methylpyrrolidon, ist in der **US-PS 3,575,938** beschrieben. Dort sind als weitere Säureamide genannt:

N,N-Dimethylformamid, N,N-Dimethylacetamid, N,N-Dimethylpropionamid, N-Phenyl-N-methylacetamid, N-Naphthyl-N-ethylacetamid, N,N-Diethylisobutyramid, N-Methylformanilid, N-Ethylacetanilid, N-Ethyl-4-nitroacetanilid, N-n-Butylacetanilid, N-ethyl-o-acetotoluidid, N,N'-p-Phenyl-bis-acetanilid, 2-Chlor-N-ethylacetanilid, N,N'-Diphenylacetanilid, N,N'-Diphenylformamid, N,N'-Diethylformamid, N-Methyl-N-1-naphthylacetamid, N,N-Di-n-butylacetarnid, N,N-Diisopropylpropionamid, t-Butyl-N-octyldecanamid, N,N-Dimethylbenzarnid, N,N-Diethyl-p-toluamid, N-Methylpyrrolidon, N-Phenylcaprolactam, N-Ethyl- α -pyrrolidon, N-Phenylpiperidon, N-Isopropylcaprolactam, N-Cyclohexyldodecanolactam, N-Acetylpyridin, N-Acetylpiperidin, n-Propionylmorpholin, N-Acetylmorpholin

Die verbesserte Zugabe und Verteilung dieser Katalysatorlösung in eine aktivierte Lactamschmelze erlaubt auch die Herstellung mineralgefüllter Produkte.

Die Katalysatorlösungen verschlacken sofort an der Luft und sind bei Raumtemperatur nicht flüssig. Sie müssen somit vor der Verwendung aufgeschmolzen werden.

Nach der Lehre der **DE 22 30 732 C3** muss die das Verfahren störende Krustenbildung, welche Katalysatorlösungen aus Alkali-Lactamat in **2-Pyrrolidon** rasch zeigen, durch Zugabe höherer Alkohole verhindert werden. Diese Lösungen werden ebenfalls unter 20°C fest.

In der **EP 0 438 762 B1** sind Katalysatorlösungen mit hoher Lagerstabilität auch bei tiefen Temperaturen beschrieben, die einen raschen Umsatz ermöglichen und zu Polyamid mit relativ tiefem Restgehalt an Extrakt führen. Sie beste-

hen aus Lactam, 2-Pyrrolidon, speziellen Glykolen, Kohlenwasserstoffen und enthalten wahlweise Amin. Die niedrigen Siedepunkte einzelner Komponenten der Lösungen schränken jedoch die Verwendung stark ein.

Im zitierten Stand der Technik müssen zur Durchführung der aktivierten anionischen Lactampolymerisation Aktivator- und Katalysator-Lösung immer separat verwendet werden.

5 Damit sind erhebliche verfahrenstechnische Nachteile verbunden: In einem vorgezogenen Verfahrensschritt muss der Lactamschmelze zunächst der Aktivator zugesetzt werden, bevor mit Zugabe der Katalysatorlösung die Reaktion ausgelöst werden kann.

10 Der vorliegenden Erfindung war somit die Aufgabe gestellt, Nachteile des Standes der Technik durch ein geeignetes, bei Raumtemperatur flüssiges, lagerstabiles Katalysator / Aktivator-System zu überwinden, das allein in der Lage ist, die Polymerisation des Lactams auszulösen, kurze Polymerisationszeiten ermöglicht und zu Polylactamen von hoher Qualität führt.

Diese Aufgabe wird durch das Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation mit den kennzeichnenden Merkmalen des Anspruchs 1 und die Verwendung dieses Systems gemäss Anspruch 17 gelöst.

15 Sie wird insbesondere gelöst, durch ein flüssiges lagerstabiles System, das Aktivator und Katalysator zugleich enthält, das dadurch die Verwendung getrennter Lösungen von Aktivator und Katalysator unnötig macht und das der aktivierten anionischen Lactampolymerisation eine wesentliche Erweiterung in der Anwendung, der Rezeptur und dem Verfahren sichert.

20 Ueberraschenderweise wurde gefunden, dass die als Aktivatoren geeigneten Verbindungen, wie verkappte, insbesondere durch Lactam verkappte Isocyanate, Carbodiimide und Oxazoline, insbesondere Fettalkylbisoxazoline in der Lage sind, in Gegenwart von Katalysator mit geeigneten Lösungsmitteln bei Raumtemperatur flüssige, an trockener Luft lagerstabile Systeme zu bilden.

Das einer wasserfreien Lactamschmelze zuzusetzende, erfindungsgemässe Flüssigsystem besteht somit im wesentlichen aus

- 25 a) mindestens einer N-substituierten Carbonsäureamidverbindung, die auch einen durch zwei ihrer Substituenten R und R' oder R' und R" gebildeten heterocyclischen Ring enthalten kann, als Basiskomponente und Lösungsmittel,
- b) mindestens einem Alkali- oder Erdalkali-Lactamat als Katalysator,
- c) mindestens einer die anionische Lactampolymerisation aktivierenden Verbindung und
- 30 d) wahlweise mindestens einer N-alkylierten Harnstoffverbindung als zusätzlichem Lösungsmittel, wobei sich a), b), c) und d) auf 100 Gew.-Teile ergänzen,
- e) zusätzlich wahlweise verwendungs- oder anwendungsbedingten Additiven, die die Polymerisation nicht oder nicht wesentlich beeinträchtigen und mit den Komponenten a), b), c) und d) verträglich sind.

35 N-alkylierte und dialkylierte Carbonsäureamide a) an sich sind Stand der Technik, wie beispielsweise beschrieben in der **US 3,575,938**.

Der Anteil der Verbindung a) beträgt bevorzugt 30 bis 70 Gew.-Teile, dabei sind Lactame, wie Butyro-, Valero-, Capro- und Laurinlactam neben Di-N-alkylformamid, Di-N-alkylacetamid, N-Acetylanilin, N-Acetylpiiperidin, N,N'-Diacylpiperazin, N-Octyl-2-pyrrolidon und N-alkyliertes Lactam, welches C1 bis C12- Alkyl-Reste aufweist, bevorzugt.

40 Der Anteil des Lactamates b) liegt vorteilhaft zwischen 5 und 25 Gew.-Teilen; dabei sind als Alkali-Lactamate Natrium-Lactamate und insbesondere Natrium-Caprolactamat und Natrium-Laurinlactamat und als Erdalkali-Lactamate Magnesium-Lactamate, insbesondere Magnesium-Caprolactamat und Magnesium-Laurinlactamat bevorzugt.

Die Herstellung der Alkali- und Erdalkali-Lactamate ist Stand der Technik und beispielhaft beschrieben in der **US 3,575,938**.

45 Natrium-Caprolactamat ist ein Handelsprodukt der Fa. Pacast AG, CH-7320 Sargans, sowie der Fa. L. Brüggemann, D-74076 Heilbronn.

Bevorzugte aktivierende Verbindungen c) sind verkappte, insbesondere mit Lactamen, wie Caprolactam verkappte Mono-, Di- und Polyisocyanate, darunter besonders Diphenylmethandiisocyanate, Hexamethylendiisocyanat, Toluoldiisocyanate, Isophorondiisocyanat, m- und p-Xylidendiisocyanat oder Phenylisocyanat, Mono-, oder Polycarbodiimide, 50 wie z.B. N,N'-Diisopropylcarbodiimid, N,N'-Di-(o-tolyl)-carbodiimid, N,N'-Dicyclohexylcarbodiimid, 2,2',6,6'-Tetraisopropylidiphenylcarbodiimid und Poly-(2,2-diisopropyl)-p-phenylencarbodiimid sowie Oxazolin-Derivate, Oxazoline, Oxazolone, N-substituierte 2-Oxazolidone, Fettalkyloxazoline, Hydroxifettalkyl-oxazoline und mit Hydroxysäuren, wie Ricinolsäure hergestellte Oxazoline und ihre Umsetzungsprodukte mit Isocyanaten und Diisocyanaten. Letztere sind beschrieben in *Farben und Lacke* 1993 / 11, S 911 bis 915.

55 Die wahlweise verwendeten N-alkylierten Harnstoffe d), wie z.B. Tetramethylharnstoff und Tetrabutylharnstoff oder N-dialkylierte cyclische Harnstoffe, wie N,N'-Dimethylpropylenharnstoff oder N,N'-Dimethylethylenharnstoff sind bekannte Handelsprodukte und beschrieben in der Firmenschrift *BASF-Zwischenprodukte* 1993.

Wahlweise vorhandene Additive e) mit verfahrens- oder verwendungsbedingten Eigenschaften sind nach dem Stand der Technik bekannt:

Carbonsäureester, Phosphorsäureester, Verarbeitungshilfsmittel, sowie

e1) Zusätze, die die Eigenschaften des Polylactams beeinflussen, wie Hitze- und Lichtstabilisatoren, Antioxydantien, Tracer, Duftstoffe, Farbstoffe, Pigmente, optische Aufheller, Weichmacher und Entformungsmittel.

e2) Zusätze, die den Polymerisationsverlauf direkt beeinflussen, wie Amine, Alkohole und Glykole. Ihre Wirkung ist beschrieben in **US 3,017,391**.

Bevorzugte Flüssigsysteme sind:

Flüssigsystem 1:

a) 45 bis 70 Gew.-Teile N-Alkyl-2-Pyrrolidon,

2 bis 30 Gew.-Teile Caprolactam,

b) 5 bis 30 Gew.-Teile Alkali-Lactamat,

c) 10 bis 40 Gew.-Teile lactamverkapptes Diisocyanat.

Flüssigsystem 2:

a) 45 bis 70 Gew.-Teile N-Alkyl-2-Pyrrolidon,

2 bis 30 Gew.-Teile Caprolactam,

b) 5 bis 40 Gew.-Teile Alkali-Lactamat,

c) 10 bis 40 Gew.-Teile Mono- oder Polycarbodiimid.

Flüssigsystem 3:

a) 45 bis 70 Gew.-Teile N-Alkyl-2-Pyrrolidon,

2 bis 30 Gew.-Teile Caprolactam,

b) 5 bis 40 Gew.-Teile Alkali-Lactamat,

c) 10 bis 40 Gew.-Teile Oxazolin-Verbindung

Das erfindungsgemässe Flüssigsystem ist eine bei Raumtemperatur flüssige, unter Inertgas beziehungsweise in trockener Luft stabile, homogene Mischung, welche bei Zugabe zu einer wasserfreien Lactamschmelze schnell und homogen verteilt werden kann und direkt die Polymerisation auslöst.

Die Erfindung beinhaltet auch die Verwendung des erfindungsgemässen Flüssigsystems zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation. Es wird dem wasserfreien Lactam, z.B. Butyro-, Valero-, Capro-, Laurin-, Önantholactam oder deren Gemische, bevorzugt in Mengen von 0,5 bis 10 Gew.Teilen, zugegeben.

Dabei entsteht Polylactam wie Polycaprolactam oder insbesondere Polyaurinlactam von guter Qualität und mit hochwertigem mechanischen Eigenschaftsprofil.

Die Herstellung der erfindungsgemässen Flüssigsysteme wird nachfolgend beispielhaft erläutert:

BEISPIELE 1 bis 5

Die Beispiele 1 bis 5 beschreiben die Herstellung von Flüssigsystemen.

Zur Herstellung des Flüssigsystems ist das Arbeiten unter Schutzgas-Atmosphäre angezeigt.

In einem Gefäss mit Innentemperaturmessung wird die Komponente a) vorgelegt und auf 30 bis maximal 70 °C erwärmt. Danach wird unter Rühren die Komponente c) eingetragen und homogen eingemischt. Nach entstehen einer klaren Lösung werden unter Kontrolle der Temperatur, welche 70 °C nicht überschreiten darf, die Komponente b) und anschliessend gegebenenfalls die Additive d) zugegeben.

Die resultierenden Lösungen sind bei Raumtemperatur flüssig und lagerstabil.

Tabelle 1

FLÜSSIGSYSTEME									
No	Komponente a)	Teile a)	Komponente b)	Teile b)	Komponente c)	Teile c)	Komponente d)	Teile d)	Bemerkung
1	NMP	6,6	Na-CL	6,6	PCD	6,6	DOS	80,2	orange-gelbe, klare Flüssigkeit
2	NMP CL	50 16,6	Na-CL	16,6	CL-MDI	16,6	----- ----	---- --	gelbe, klare Flüssigkeit
3	BL	40	Na-CL	25	PCD	25	PA	10	gelbe, klare Flüssigkeit
4	NMP	30	Na-CL	30	Bis-Ox Rc-Ox	10 30	----- ----	---- --	gelbe, klare Flüssigkeit
5	NOP	50	Na-CL	25	CD	25	----- ----	---- --	gelbe, klare Flüssigkeit
NMP: N-Methyl-2-Pyrrolidon BL: Butyrolactam NOP: N-Octyl-2-Pyrrolidon Na-CL: Natrium-Caprolactamat in Caprolactam, ca. 5% Natriumgehalt, Pacast AG, Sargans (CH) PCD: Polycarbodiimid, Stabaxol P (R), Rhein Chemie GmbH, Mannheim (D) CL-MDI: Caprolactam verkapptes Methylendiisocyanat, Grilbond IL6 (R), Ems-Chemie AG, Domat/Ems (CH) Bis-Ox: Ricinyl-bisoxazolin, Loxamid 8523 (R), Henkel KG, Düsseldorf (BRD) Rc-Ox: Ricinyl-oxazolin, Loxamid 8515 (R), Henkel KG, Düsseldorf (BRD) CD: Substituiertes Diarylcarbodiimid, Stabaxol I (R), Rhein Chemie GmbH, Mannheim (D) DOS: Di-octyl-sebacat, Edenol 888 (R), Henkel KG, Düsseldorf (BRD) PA: Phenolisches Antioxidant, Irganox 1135, Ciba-Geigy AG, Basel (CH)									

VERGLEICHBSBEISPIEL

In einem Gefäß mit Innentemperaturmessung werden unter Stickstoffatmosphäre 60 Gew.-Teile N-Methyl-2-pyrrolidon auf 50°C erwärmt. Danach werden unter Rühren 40 Gew.-Teile Natrium-Caprolactamat (ca. 3-5% Na-Gehalt, Fa Pacost, Sargans (CH) eingetragen. Es entsteht eine klare Lösung, die beim Abkühlen auf Raumtemperatur verschlackt.

BEISPIELE 6 bis 10

Zur Verwendung der Flüssigsysteme zur Durchführung der aktivierten anionischen Lactampolymerisation kann nach folgender allgemeiner Vorschrift verfahren werden.

In einem Gefäß mit Innentemperaturmessung wird unter Stickstoff-Atmosphäre eine Lactam-Schmelze vorgelegt und unter kontrollierter Temperatur und Rühren das Flüssigsystem eingetragen.

Als Vergleichszeit t , um den Ablauf der Polymerisation zu beschreiben, wird die Zeitspanne bis zum Unrührbarwerden der Schmelze verwendet.

Anschließend wird die Schmelze 60 min bei 175°C auspolymerisiert.

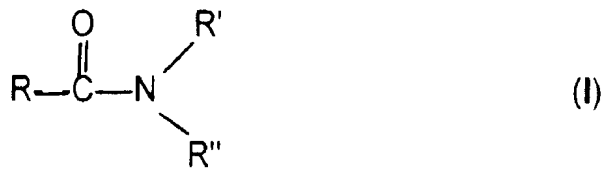
Tabelle 2

Verwendung der Flüssigsysteme der Beispiele 1 bis 5 zur Lactampolymerisation								
No	Lactam	Teile	System gemäss	Teile	Schmelze- temperatur	Vergl. Zeit t	DSC- Smp Polymer	Bemerkung
6	Laurinlactam	100	Beispiel 1	10	175°C	320sec	176°C	Weichmachung durch d)
7	Caprolactam	100	Beispiel 2	6	140°C	70sec	211°C	keine Verfärbung
8	Laurinlactam	100	Beispiel 3	3	175°C	200sec	170°C	leichte Verfärbung
9	Laurinlactam	100	Beispiel 4	3	175°C	10sec	170°C	keine Verfärbung
10	Laurinlactam	100	Beispiel 5	3	175°C	120sec	171°C	keine Verfärbung

20 Patentansprüche

1. Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Laktampolymerisation, bestehend aus:

a) 30 bis 80 Gew.-Teilen mindestens einer N-substituierten Carbonamidverbindung der Formel I



wobei R = Wasserstoff oder ein Substituent mit bis zu 12 C-Atomen ist, der auch Heteroatome und Heterogruppen enthalten kann,

R' = Wasserstoff oder ein einwertiger Rest mit bis zu 12 C-Atomen, der auch Heteroatome und Heterogruppen enthalten kann und

R'' = einwertiger Rest mit bis zu 20 C-Atomen, der auch Heteroatome enthalten kann, ist,

b) 5 bis 30 Gew.-Teilen mindestens eines Alkali- und/oder Erdalkali-Lactamates,

c) 10 bis 40 Gew.-Teilen mindestens einer die anionische Laktampolymerisation aktivierenden Verbindung, welche in a) und d) löslich ist,

d) 0 bis 30 Gew.-Teilen mindestens einer N-substituierten Harnstoffverbindung

wobei sich die Anteile von a), b), c) und d) auf 100 Gew. -Teile ergänzen und zusätzlich wahlweise

e) eigenschafts- oder anwendungsbedingten Additiven.

2. Flüssigsystem nach Anspruch 1,

dadurch gekennzeichnet, dass

in der Amidverbindung a) der Formel I zwei der Substituenten R und R' oder R' und R'' miteinander verbunden sind und ein Ringsystem bilden.

3. Flüssigsystem nach Anspruch 1 oder 2,

dadurch gekennzeichnet, dass

der Anteil der Amidverbindung a) 30 bis 70 Gew.-Teile beträgt.

4. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass

der Anteil des Alkali- oder Erdalkali-Lactamates b) 5 bis 25 Gew.-Teile beträgt.

5. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,

dadurch gekennzeichnet, dass

die Amidverbindung a) ausgewählt ist aus der Gruppe Butyrolactam, Valerolactam, Caprolactam, Laurinlactam, Di-N-alkylformamid, Di-N-alkylacetamid, N-Acetylanilin, N-Acetylpiperidin, N,N'-Diacylpiperazin, N-Alkyl-Lactam mit C1- bis C12-Alkylresten, N-2-Octylpyrrolidon und ihre Mischungen.

5

6. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Alkali-Lactamat b) ein Natrium-Lactamat ist.

10

7. Flüssigsystem nach Anspruch 6,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Natrium-Lactamat Natrium-Caprolactamat oder Natrium-Laurinlactamat ist.

15

8. Flüssigsystem nach einem der Ansprüche 1 bis 5,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Erdalkali-Lactamat b) ein Magnesium-Lactamat ist.

20

9. Flüssigsystem nach Anspruch 8,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Magnesium-Lactamat Magnesium-Caprolactamat oder Magnesium-Laurinlactamat ist.

25

10. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die aktivierende Verbindung c) ausgewählt ist aus der Gruppe lactamverkapptes Monoisocyanat und Polyisocyanat, Carbodiimid, Polycarbodiimid, N-acylierte Carbonamidverbindung und Oxazolin-Verbindung.

30

11. Flüssigsystem nach Anspruch 10,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Oxazolin-Verbindung ausgewählt ist aus der Gruppe Oxazolin-Derivate, Oxazoline, Oxazolone, N-substituierte N-2-oxazolidone, Fettalkyl-oxazoline, und mit Hydroxysäuren hergestellte Bisoxazoline und ihre Umsetzungsprodukte mit Diisocyanaten.

35

12. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die N-substituierte Harnstoff-Verbindung d) eine N,N'-alkylierte oder eine N,N'-alkylierte cyclische Harnstoff-Verbindung ist.

40

13. Flüssigsystem nach einem der vorhergehenden Ansprüche,
dadurch gekennzeichnet, dass
die Additive e) ausgewählt sind aus der Gruppe Amine, Polyamine, Alkohole, Glykole, Carbonsäureester, Phosphorsäureester, Lichtstabilisatoren, Hitzestabilisatoren, optische Aufheller, Weichmacher, Tracer, Duftstoffe und Verarbeitungshilfsmittel.

45

14. Flüssigsystem nach Anspruch 1,
bestehend aus

50

- a) 45 bis 70 Gew.-Teilen N-Alkyl-2-Pyrrolidon,
2 bis 30 Gew.-Teilen Caprolactam,
b) 5 bis 30 Gew.-Teilen Alkali-Lactamat,
c) 10 bis 40 Gew.-Teilen lactamverkapptem Diisocyanat.

55

15. Flüssigsystem nach Anspruch 1,
bestehend aus
- a) 45 bis 70 Gew.-Teilen N-Alkyl-2-Pyrrolidon,
2 bis 30 Gew.-Teilen Caprolactam,
b) 5 bis 40 Gew.-Teilen Alkali-Lactamat,
c) 10 bis 40 Gew.-Teilen Mono- oder Polycarbodiimid.

16. Flüssigsystem nach Anspruch 1,
bestehend aus

- a) 45 bis 70 Gew.-Teilen N-Alkyl-2-Pyrrolidon.
2 bis 30 Gew.-Teilen Caprolactam,
b) 5 bis 40 Gew.-Teilen Alkali-Lactamat,
c) 10 bis 40 Gew.-Teilen Oxazolin-Verbindung.

17. Verwendung des Flüssigsystems nach einem der Ansprüche 1 bis 16 in Mengen von 0,5 bis 10 Gew.Teilen zur
Durchführung der anionischen Polymerisation von Lactam.

18. Verwendung nach Anspruch 17,
dadurch gekennzeichnet, dass
das Lactam, Caprolactam, Laurinlactam, Önantholactam oder ein Gemisch davon ist.

(19)



Europäisches Patentamt

European Patent Office

Office européen des brevets



(11)

EP 0 786 482 A3

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(88) Veröffentlichungstag A3:
29.07.1998 Patentblatt 1998/31

(51) Int. Cl.⁶: **C08G 69/18**, C08G 69/20

(43) Veröffentlichungstag A2:
30.07.1997 Patentblatt 1997/31

(21) Anmeldenummer: **97101002.0**

(22) Anmeldetag: **23.01.1997**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT NL

(30) Priorität: **25.01.1996 DE 19602683**

(71) Anmelder: **EMS-INVENTA AG**
8002 Zürich (CH)

(72) Erfinder:
• **Schmid, Eduard, Dr.**
7402 Bonaduz (CH)

• **Eder, Roman**
70794 Filderstadt (DE)

(74) Vertreter:
Hotz, Klaus, Dipl.-El.-Ing./ETH
c/o OK pat AG,
Patente Marken Lizenzen,
Hinterbergstrasse 36,
Postfach 5254
6330 Cham (CH)

(54) **Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation**

(57) Es wird ein Flüssigsystem zur Durchführung der anionischen Lactampolymerisation vorgeschlagen, das sowohl Aktivator, als auch Katalysator und wahlweise Additive enthält und bei Raumtemperatur flüssig und lagerstabil ist.

EP 0 786 482 A3



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 97 10 1002

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
D, Y	DE 14 95 132 A (BASF) 30. Januar 1969 * Anspruch *	1	C08G69/20 C08G69/18
D, A	DE 22 30 732 A (BAYER AG) 10. Januar 1974 * Ansprüche *	1	
Y	DE 15 20 605 A (THE POLYMER CORP.) 22. Januar 1970 * Anspruch 1 *	1	
Y	DE 14 95 848 A (BAYER AG) 8. Mai 1969 * Anspruch 1 *	1	
D, A	EP 0 438 762 A (BASF AG) 31. Juli 1991 * Spalte 3, Zeile 21 - Zeile 24; Anspruch 1 *	1	
D, A	US 3 575 938 A (P. A. TIERNEY) 20. April 1971 * Spalte 3, Zeile 60 - Spalte 4, Zeile 52; Anspruch *	1	
A	DE 20 35 733 A (BAYER) 27. Januar 1972 * Ansprüche *	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6) C08G
Recherchenort BERLIN		Abschlußdatum der Recherche 8. Juni 1998	
		Prüfer Boeker, R	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03/82 (P4/C03)